

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-115087

(P2001-115087A)

(43) 公開日 平成13年4月24日 (2001.4.24)

| (51) Int.Cl. <sup>7</sup> | 識別記号  | F I            | テマート* (参考)        |
|---------------------------|-------|----------------|-------------------|
| C 0 9 D 165/02            |       | C 0 9 D 165/02 | 2 K 0 0 9         |
| C 0 8 J 7/04              | C F D | C 0 8 J 7/04   | C F D A 4 F 0 0 6 |
| C 0 9 D 5/00              |       | C 0 9 D 5/00   | M 4 J 0 3 8       |
| 183/02                    |       | 183/02         |                   |
| 183/08                    |       | 183/08         |                   |

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

|           |                            |          |   |
|-----------|----------------------------|----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願平11-297897               | (71) 出願人 | 000003986<br>日産化学工業株式会社<br>東京都千代田区神田錦町3丁目7番地1 |
| (22) 出願日  | 平成11年10月20日 (1999. 10. 20) | (72) 発明者 | 中田 孝和<br>千葉県船橋市坪井町722番地1 日産化学<br>工業株式会社中央研究所内 |
|           |                            | (72) 発明者 | 古性 均<br>千葉県船橋市坪井町722番地1 日産化学<br>工業株式会社中央研究所内  |
|           |                            | (72) 発明者 | 袋 裕善<br>千葉県船橋市坪井町722番地1 日産化学<br>工業株式会社中央研究所内  |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高屈折率ハードコート膜及び反射防止基材

(57) 【要約】

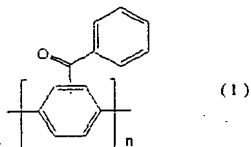
【課題】 高硬度でかつ高屈折率なハードコート膜を提供すること、更にハードコート層上に、光学干渉層として、低屈折率層を形成してなる反射防止基材を提供すること。

【解決手段】 透明基材上に、ベンゾイル置換ポリ (p-フェニレン)、及び/又はベンゾイル置換ポリ (p/m-フェニレン) を、N-メチルピロリドン、ジメチルホルムアミド及びハロゲン化炭化水素からなる群から選ばれる少なくとも一種の溶剤を含有する溶剤に溶解させて得られる溶液を塗布、乾燥してなることを特徴とする高屈折率ハードコート膜、及び該高屈折率ハードコート膜上に、それに隣接した、低屈折率層が積層されてなる反射防止基材において、該低屈折率層が溶剤としてN-メチルピロリドン、ジメチルホルムアミド及びハロゲン化炭化水素類からなる群から選ばれる少なくとも一種の溶剤を5重量%以上含有する溶液の塗布、乾燥により形成されることを特徴とする反射防止基材。

## 【特許請求の範囲】

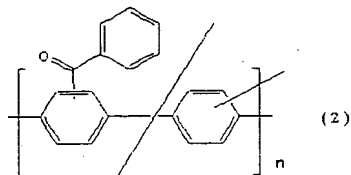
【請求項1】 透明基材上に、下記一般式(1)

【化1】



で示されるベンゾイル置換ポリ(p-フェニレン)、及び／又は下記一般式(2)

【化2】



で示されるベンゾイル置換ポリ(p/m-フェニレン)を、N-メチルピロリドン、ジメチルホルムアミド及びハロゲン化炭化水素からなる群から選ばれる少なくとも一種の溶剤を含有する溶剤に溶解させて得られる溶液を塗布、乾燥してなることを特徴とする高屈折率ハードコート膜。

【請求項2】 請求項1記載の高屈折率ハードコート膜上に、それに隣接した、屈折率が1.6以下である低屈折率層が積層されてなる反射防止基材において、該低屈折率層が溶剤としてN-メチルピロリドン、ジメチルホルムアミド及びハロゲン化炭化水素類からなる群から選ばれる少なくとも一種の溶剤を5重量%以上含有する溶液の塗布、乾燥により形成されることを特徴とする反射防止基材。

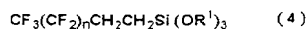
【請求項3】 反射防止基材の最表層が、下記一般式(3)

【化3】



(但し、Rは1～5個の炭素原子を有するアルキル基を表す。)で示される珪素化合物(A)と、下記一般式(4)

【化4】



(但し、R<sup>1</sup>は、1～5個の炭素原子を有するアルキル基を表し、そしてnは、0から12の整数を表す。)で示される珪素化合物(B)と、下記一般式(5)

【化5】



(但し、R<sup>2</sup>は、水素原子又は1～12個の炭素原子を有する非置換の若しくは置換基を有するアルキル基を表す。)で示されるアルコール(C)と、珪酸(D)とを、珪素化合物(A)1モルに対して珪素化合物(B)0.05～0.43モルの比率に、珪素化合物(A)と

珪素化合物(B)に含まれる全アルコキシ基1モルに対してアルコール(C)0.5～100モルの比率に、そして珪素化合物(A)と珪素化合物(B)に含まれる全アルコキシ基1モルに対して珪酸(D)0.2～2モルの比率に含有する反応混合物を形成させ、そしてこの反応混合物を、その中の珪素原子から換算された0.5～10重量%のSiO<sub>2</sub>濃度に維持すると共に水の不存在を維持しながら、当該反応混合物中珪素化合物(A)及び珪素化合物(B)の全残存量が5モル%以下となるまで、50～180℃で加熱することにより、これにより生じたポリシロキサンを生成させ、次いで当該ポリシロキサンの溶液、及びN-メチルピロリドン、ジメチルホルムアミド及びハロゲン化炭化水素の少なくとも一種の溶剤を5重量%以上含有する塗布液を被塗布層表面に塗布し、そしてこの塗布により得られた塗膜を80～450℃で熱硬化させることにより形成され、且つ、1.28～1.38の屈折率と90～115度の水接触角を示す被膜層である、請求項2に記載の反射防止基材。

【請求項4】 反応混合物の形成において、珪素化合物(A)、珪素化合物(B)、アルコール(C)及び珪酸(D)の他に、変成剤(E)としてメチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、プロピルトリメトキシシラン、プロピルトリエトキシシラン、ブチルトリメトキシシラン、ブチルトリエトキシシラン、ペンチルトリメトキシシラン、ペンチルトリエトキシシラン、ヘプチルトリメトキシシラン、ヘプチルトリエトキシシラン、オクチルトリメトキシシラン、オクチルトリエトキシシラン、ドデシルトリメトキシシラン、ドデシルトリエトキシシラン、ヘキサデシルトリメトキシシラン、ヘキサデシルトリエトキシシラン、オクタデシルトリメトキシシラン、オクタデシルトリエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、γ-アミノプロピルトリエトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、γ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、γ-メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン及びジメチルジエトキシシランからなる群から選ばれる少なくとも一種のアルキルアルコキシシランを珪素化合物(A)1モルに対して0.02～0.2モルの比率に併用する、請求項3記載の反射防止基材。

【請求項5】 塗布液の添加物として、シリカゾル、アルミナゾル、チタニアゾル、ジルコニアゾル、フッ化マグネシウムゾル、セリアゾルからなる群から選ばれる少なくとも一種のゾルを併用する、請求項3記載の反射防止基材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、LCD、CRT、PDPなどの各種ディスプレイ、眼鏡レンズなどの各種レンズにおける高屈折率ハードコート膜及び表面の反射率低下に有効な反射防止基材に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、プラスチック材料は、耐衝撃性、軽量性、易成形性、加工性の特徴を活かして、ガラスに代わる材料として利用されている。しかしながら、プラスチック材料は、表面硬度が低く、傷がつきやすいため、その表面にハードコート層を設けて耐擦傷性を向上させることが行われており、このようなハードコート層としてアクリル系樹脂、シリコン樹脂が一般的に用いられている。

【0003】一方、このハードコート層を耐擦傷性の向上としてだけでなく、光学多層膜として利用する場合には、高い屈折率が要求される。しかしながら、アクリル系樹脂、シリコン樹脂は、屈折率が1.5程度と低く、光学多層膜として用いるには不十分であった。

【0004】そこで、チタンやアンチモンなどの高屈折率を有する金属酸化物微粒子を添加することにより、高屈折率化する試みが提案されているが、屈折率を高くするためには、金属酸化物微粒子を多量に添加する必要があり、その際、微粒子の凝集による塗膜の白濁化を起こしやすいという欠点があった。

【0005】また、「色材協会誌」第65巻、11号、676～683頁には、アルミニウムトリプロポキシド、アルミニウムトリブトキシド、チタニウムテトラプロポキシド、ジルコニウムテトラプロポキシドなどの金属アルコキシド溶液またはゾルを調整し、これをプラスチック基材上に塗布した後、加熱処理することによりハードコート膜を作製することが報告されている。これにより、屈折率の高い膜を形成することが可能であるが、十分な硬度を有するためには高温焼成を必要とし、プラスチックのような耐熱性のない基材への処理においては、十分な硬度が得られず、またクラックが発生し易いという欠点があった。

## 【0006】

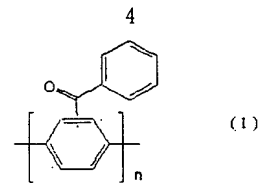
【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような問題に鑑みてなされたものであり、高硬度でかつ高屈折率なハードコート膜を提供すること、さらにはハードコート層上に、光学干渉層として、低屈折率層を形成してなる反射防止基材を提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明の第1発明は、透明基材上に、下記一般式(1)

## 【0008】

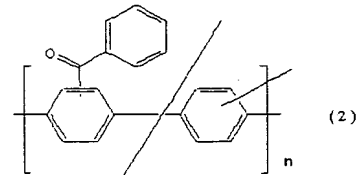
## 【化6】



\*【0009】で示されるベンゾイル置換ポリ(p-フェニレン)、及び/又は下記一般式(2)

## 【0010】

## 【化7】



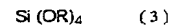
【0011】で示されるベンゾイル置換ポリ(p-m-フェニレン)を、N-メチルピロリドン、ジメチルホルムアミド及びハロゲン化炭化水素からなる群から選ばれる少なくとも一種の溶剤を含有する溶剤に溶解させて得られる溶液を塗布、乾燥してなることを特徴とする高屈折率ハードコート膜提供するものである。

【0012】次に、第2発明は、前記第1発明記載の高屈折率ハードコート膜上に、それに隣接した、屈折率が1.6以下である低屈折率層が積層されてなる反射防止基材において、該低屈折率層が溶剤としてN-メチルピロリドン、ジメチルホルムアミド及びハロゲン化炭化水素類からなる群から選ばれる少なくとも一種の溶剤を5重量%以上含有する溶液の塗布、乾燥により形成されることを特徴とする反射防止基材を提供するものである。

【0013】第3発明は、反射防止基材の最表層が、下記一般式(3)

## 【0014】

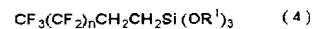
## 【化8】



【0015】(但し、Rは1～5個の炭素原子を有するアルキル基を表す。)で示される珪素化合物(A)と、下記一般式(4)

## 【0016】

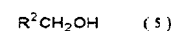
## 【化9】



【0017】(但し、R'は、1～5個の炭素原子を有するアルキル基を表し、そしてnは、0から12の整数を表す。)で示される珪素化合物(B)と、下記一般式(5)

## 【0018】

## 【化10】



【0019】(但し、R<sup>2</sup>は、水素原子又は1～12個の炭素原子を有する非置換の若しくは置換基を有するアルキル基を表す。)で示されるアルコール(C)と、

酸(D)とを、珪素化合物(A)1モルに対して珪素化合物(B)0.05~0.43モルの比率に、珪素化合物(A)と珪素化合物(B)に含まれる全アルコキシ基1モルに対してアルコール(C)0.5~100モルの比率に、そして珪素化合物(A)と珪素化合物(B)に含まれる全アルコキシ基1モルに対して珪酸(D)0.2~2モルの比率に含有する反応混合物を形成させ、そしてこの反応混合物を、その中の珪素原子から換算された0.5~10重量%のSiO<sub>2</sub>濃度に維持すると共に水の不存在を維持しながら、当該反応混合物中珪素化合物(A)及び珪素化合物(B)の全残存量が5モル%以下となるまで、50~180℃で加熱することにより、これにより生じたポリシロキサンを生成させ、次いで当該ポリシロキサンの溶液、及びN-メチルピロリドン、ジメチルホルムアミド及びハロゲン化炭化水素の少なくとも一種の溶剤を5重量%以上含有する塗布液を被塗布層表面に塗布し、そしてこの塗布により得られた塗膜を80~450℃で熱硬化させることにより形成され、且つ、1.28~1.38の屈折率と90~115度の水接触角を示す被膜層である、請求項2に記載の反射防止基材であることを特徴とする。

【0020】第4発明は、第3発明の反応混合物の形成において、珪素化合物(A)、珪素化合物(B)、アルコール(C)及び珪酸(D)の他に、変成剤(E)としてメチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、プロピルトリメトキシシラン、プロピルトリエトキシシラン、ブチルトリメトキシシラン、ブチルトリエトキシシラン、ペンチルトリメトキシシラン、ペンチルトリエトキシシラン、ヘプチルトリメトキシシラン、ヘプチルトリエトキシシラン、オクチルトリメトキシシラン、オクチルトリエトキシシラン、ドデシルトリメトキシシラン、ドデシルトリエトキシシラン、ヘキサデシルトリメトキシシラン、ヘキサデシルトリエトキシシラン、オクタデシルトリメトキシシラン、オクタデシルトリエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、γ-アミノプロピルトリエトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、γ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、γ-メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン及びジメチルジエトキシシランからなる群から選ばれる少なくとも一種のアルキルアルコキシシランを珪素化合物(A)1モルに対して0.02~0.2モルの比率に併用することを特徴とする。

【0021】第5発明は、塗布液の添加物として、シリカゾル、アルミナゾル、チタニアゾル、ジルコニアゾル、フッ化マグネシウムゾル、セリアゾルからなる群か

ら選ばれる少なくとも一種のゾルを併用することを特徴とする。

【0022】以上、本発明によれば、簡便に膜硬度に優れ、1.68~1.70の屈折率を有するハードコート層を形成することが可能であり、さらにはハードコート層上に低屈折率層を設けることにより膜硬度、密着性、反射防止性能、耐久性に優れた反射防止基材を提供することができる。

【0023】

【発明の実施の形態】ベンゾイル置換ポリ(p-フェニレン)(重合体)、及び/又はベンゾイル置換ポリ(p/m-フェニレン)(共重合体)は、N-メチルピロリドン、ジメチルホルムアミド、ハロゲン化炭化水素類などの溶剤に溶解可能なパウダーであり、これらの溶剤に溶解させた溶液として使用することができる。ハロゲン化炭化水素の具体例としては、塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、ブromoホルム、1,2-ジクロロエタン、1,1-ジクロロエタン、トリクロロエタン及びテトラクロロエタンなどが挙げられる。これらの溶剤は、一種単独で、あるいは二種以上を混合して使用することもできる。

【0024】また、成膜性向上を目的に、他の溶剤を混合することも可能である。溶液中の固形分濃度は、特に限定されるものではなく、ポリマーの平均分子量、塗布法、必要な膜厚などの条件によって異なるが、固形分濃度で0.5~20重量%の範囲で調整することが好ましい。0.5重量%以下では、所望の膜厚を得ることが難しく、20重量%以上では、ワニスの粘度が高くなり取り扱いにくくなる。

【0025】使用するベンゾイル置換ポリ(p-フェニレン)、及びベンゾイル置換ポリ(p/m-フェニレン)の、ゲルパーミネーションクロマトグラフィーにより測定された、ポリスチレン換算数平均分子量としては、50,000~120,000が好ましい。ベンゾイル置換ポリ(p-フェニレン)及びベンゾイル置換ポリ(p/m-フェニレン)の数平均分子量(ポリスチレン換算)は、これらをN-メチルピロリドンに溶解させた溶液をゲルパーミネーションクロマトグラフィー(溶媒:ジメチルホルムアミド/テトラヒドロフラン=9:1、LiBr 30mM、H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 30mM)により測定した。

【0026】調整された溶液は、透明基材上に、通常用いられる塗布法により塗布、乾燥することで、1.68~1.70の屈折率を有する高屈折率層が容易に得られる。乾燥には、熱風、ホットプレート、オーブンなどが用いられ、80℃~150℃の温度で、5分~30分程度加熱することにより、所望のハードコート層が形成される。

【0027】乾燥温度は、用いる基材により限定され、基材の耐熱温度以下で行われなければならない。前記透

10

20

30

40

50

明基材は、特に限定されるものでなく、PET、ポリカーボネート、トリアセチルセルロースなどを用いることができる。

【0028】前記塗布法としては、通常公知の方法、例えば、スピンコート法、ディップコート法、ロールコート法、グラビアコート法などを用いることができる。

【0029】上記のようにして得られた高屈折率層は、高硬度であり、かつ500℃程度の耐熱性を有していることを特徴としている。これにより、耐熱性、耐久性に優れたハードコート膜及び反射防止膜を得ることが可能となる。

【0030】該ハードコート層中には、帯電防止性能の付与、屈折率調整を目的とした添加剤を混合することもできる。添加剤としては、チタニア、アルミナ、アンチモンなどを成分とする複合金属酸化物などが挙げられる。これらは、該ハードコート層の透明性、膜硬度などを損なわない程度に混合されることが望ましい。

【0031】また、本発明における反射防止基材は、光学干渉層として上記ハードコート層と積層される低屈折率層を備える。この低屈折率層としては、屈折率が1.6以下の従来公知のものを用いることができる。例えば、二酸化珪素、酸化アルミニウムなどの無機酸化物が挙げられる。本発明は、これらの低屈折率層の形成用塗布液中に、下層の高屈折率層を溶解する、N-メチルピロリドン、ジメチルホルムアミド、ハロゲン化炭化水素が5重量%以上含まれていることを特徴とする。従来、樹脂層と無機質層との構成においては、層間の接着力が弱く、膜の剥離が起こるという欠陥があった。しかし、本発明のように、下層を溶解し得る溶剤を上層塗布液に含有することにより、上層膜成分が下層表面に入り込み、その後の乾燥により、層間接着力が強固なものとなる。この効果を発現するためには、上記溶剤が5重量%以上必要となる。含有量の上限については、成膜性、塗布液安定性により決定される。

【0032】また、本発明の反射防止基材において、最表面層は、汚れ防止の点からフッ素系材料により形成されることが望ましい。このような材料としては、有機溶剤に溶解させた、フッ化ビニリデン共重合体、フルオロオレフィン/炭化水素オレフィン共重合体、含フッ素エポキシ樹脂、含フッ素エポシアクリレート、含フッ素シリコン、含フッ素シランが挙げられる。特に好ましくは、請求項記載の含フッ素シランが望ましい。これにより、反射防止特性、膜硬度、密着性、汚れ防止性能などに優れた反射防止基材を得ることができる。

【0033】最表面となる低屈折率層の膜厚は光学設計により異なるが、反射率の最低値が、400～700nm、より好ましくは500～600nmとなるように設計するのが望ましい。

【0034】該低屈折率層は、上述の高屈折率層の形成と同様な方法で行うことができる。

【0035】本発明の反射防止基材において、用いることのできる光学干渉層として、該ハードコート層と低屈折率層との間に中屈折率層を形成することもできる。この場合、中屈折率層としては、ハードコート層と低屈折率層の間に位置する屈折率を有する層を用いる。

【0036】

【実施例】以下に実施例を挙げ本発明を更に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【0037】実施例1

100mlのフラスコに、ベンゾイル置換ポリ(p-フェニレン) (数平均分子量: 117, 320) 「商品名: Paramax-1000 (商標) maxdem社製」0.5gを秤量し、更にN-メチルピロリドン49.5gを加え、70℃加温下で攪拌、溶解させた。

【0038】次いで、この塗液をスピンコーターを用いて100μm厚の易接着処理PETフィルム上に塗布し、120℃で30分間乾燥を行って高屈折率ハードコート層を形成した。

【0039】実施例2

100mlのフラスコに、ベンゾイル置換ポリ(p-m-フェニレン) (数平均分子量: 46, 000) 「商品名Paramax-1200 (商標) maxdem社製」0.5gを秤量し、更にN-メチルピロリドン49.5gを加え、70℃加温下で攪拌、溶解させた。

【0040】次いで、この塗液をスピンコーターを用いて100μm厚のPETフィルム上に塗布し、120℃で30分間乾燥を行って高屈折率ハードコート層を形成した。

【0041】実施例3

用いたベンゾイル置換ポリ(p-フェニレン) 「商品名: Paramax-1000 maxdem社製」の数平均分子量を32, 000とした以外は、実施例1と同様に、高屈折率ハードコート層を形成した。

【0042】実施例4

用いたベンゾイル置換ポリ(p-m-フェニレン) 「商品名Paramax-1200 (商標) maxdem社製」の数平均分子量を22, 800とした以外は、実施例2と同様にして、高屈折率ハードコート層を形成した。

【0043】実施例5

用いたベンゾイル置換ポリ(p-m-フェニレン) 「商品名Paramax-1200 (商標) maxdem社製」の数平均分子量を17, 200とした以外は、実施例2と同様にして、高屈折率ハードコート層を形成した。

【0044】比較例1

カプトラクトン変性ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート (日本化薬 (株) 製: カラヤッドDPCA60) 5g、重合開始剤 (日本チバガイギー (株) 製: イルガキュア907) 0.2gをメチルエチルケトン50

0 gに混合した溶液をスピンコーターを用いて100  $\mu$ m厚のPETフィルム上に塗布し、80℃で5分間乾燥した後、高圧水銀灯により7000 mJ/cm<sup>2</sup>の紫外線を照射し、ハードコート層を形成した。

#### 【0045】比較例2

200 mlナスプラスコにエタノールを81.0 gはかりとり、テトラエトキシチタン14.0 gを混合、攪拌した。次いで、60%硝酸0.3 gと水1.2 gを加え、30分間室温で攪拌し、塗液を調整した。得られた塗液をスピンコーターを用いて100  $\mu$ m厚のPETフ

ィルム上に塗布し、120℃で30分間乾燥を行ってハードコート層を形成した。このとき、ハードコート層にはややクラックが発生していた。

【0046】実施例1～5、比較例1～2で得られた高屈折率ハードコート層は、以下に示す測定法により諸物\*

表1 評価結果 (1)

|      | 屈折率  | 膜厚 ( $\mu$ m) | 鉛筆硬度 | 密着性 |
|------|------|---------------|------|-----|
| 実施例1 | 1.67 | 1.2           | 4H   | ○   |
| 実施例2 | 1.68 | 1.1           | 3H   | ○   |
| 実施例3 | 1.67 | 1.1           | 3H   | ○   |
| 実施例4 | 1.69 | 1.2           | 3H   | ○   |
| 実施例5 | 1.69 | 1.2           | 3H   | ○   |
| 比較例1 | 1.48 | 1.0           | 2H   | ○   |
| 比較例2 | 1.70 | 0.3           | 4H   | △   |

(注記)

【密着性評価】：(○) 全くはがれなし；(△) 部分的にはがれ；(×) 全面はがれ

#### 【0053】実施例6～10

低屈折率層を形成するための塗液を以下の様に調整した。還流管を備え付けた四つ口フラスコにエタノール70.6 gをはかりとり、攪拌下に無水酢酸12.0 gを少量づつ添加し、酢酸を溶解させた。次いで、この溶液を還流温度まで加熱し、還流下でテトラエトキシシラン9.4 gとトリデカフルオロオクチルトリメトキシシラン6.2 gと $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン1.2 gと $\gamma$ -アミノプロピルトリメトキシシラン0.6 gの混合物を滴下した。滴下終了後、還流下に加熱を5時間続けた後、冷却することによりポリシロキサン

の溶液を得た。この溶液をガスクロマトグラフィーで分析したところ、アルコキシドモノマーは検出されなかった。

【0054】更に、粒子径8 nmのコロイド状シリカをSiO<sub>2</sub>として15.7重量%含有するメタノール分散シリカゾルを51.0 gとエタノール14.9 gを混合し、低屈折率層形成用塗液を得た。

【0055】この塗液をスピンコーターを用いて実施例1～5で得られたハードコート層を設けた基材上に塗布、120℃で30分間加熱硬化を行い、屈折率1.36、膜厚約90 nm、水接触角104度の低屈折率層を形成した。

\* 性を評価した。これらの結果を表1に示す。

【0047】鉛筆硬度：JISK5400に従い測定した。

【0048】屈折率：溝尻光学(株)製エリプソメーターDVA-36Lを用い、633 nmでの屈折率を測定した。

【0049】膜厚：乾燥膜にカッターで傷を付け、硬化後にランクテイラーホブソン社タリスステップを用い、段差を測定することで膜厚とした。

【0050】密着性：基盤目クロスカットによるセロテープ剥離試験によって測定した。

【0051】なお、屈折率、膜厚の測定にはシリコン基板上に成膜したものをを用いた。

【0052】

【表1】

#### 【0056】比較例3～4

実施例6～10と同様に、比較例1～2で得られたハードコート層上に低屈折率層を形成した。その結果を表2に示す。

【0057】実施例6～10、比較例3～4で得られたサンプルについて以下の評価を行った。

【0058】反射率：(株)島津製作所製 分光光度計UV3100PCを用い、5°絶対反射率を測定した。この時、反射防止処理のされていない面は、黒色インクで処理し、遮光した状態で測定した。

【0059】耐擦傷性：#0000番のスチールウールを用いて、200 g荷重10往復後の傷の付き具合で評価した。

【0060】鉛筆硬度：JISK5400に従い測定した。

【0061】膜厚：乾燥膜にカッターで傷を付け、硬化後にランクテイラーホブソン社タリスステップを用い、段差を測定することで膜厚とした。なお、膜厚の測定にはシリコン基板上に成膜したものをを用いた。

密着性：基盤目クロスカットによるセロテープ剥離試験によって測定した。

【0062】耐久性：温度65℃×湿度95%の条件で1000時間放置し、反射スペクトルの変化、クラック

の発生、密着性について評価した。

\*【表2】

【0063】

\*

表2 評価結果(2)

|       | 反射率 | 耐擦傷性 | 鉛筆硬度 | 密着性 | 耐久性 |
|-------|-----|------|------|-----|-----|
| 実施例6  | 0.2 | ○    | 3H   | ○   | ○   |
| 実施例7  | 0.1 | ○    | 3H   | ○   | ○   |
| 実施例8  | 0.2 | ○    | 3H   | ○   | ○   |
| 実施例9  | 0.2 | ○    | 3H   | ○   | ○   |
| 実施例10 | 0.2 | ○    | 3H   | ○   | ○   |
| 比較例3  | 1.8 | ○    | 2H   | ○   | ○   |
| 比較例4  | 0.1 | ○    | 3H   | ○   | ×   |

(注記)

〔耐擦傷性評価〕：(○) 傷つかず、(△) 数本の傷がつく、(×) 無数の傷がつく。

〔密着性評価〕：(○) 全くはがれなし；(△) 部分的にはがれ；(×) 全面はがれ

〔耐久性評価〕：(○) 変化なし、(△) スペクトル変化、(×) スペクトル変化、クラック発生、密着性変化。

【0064】

※は、反射防止性能、膜硬度、耐久性に優れるものであ

【発明の効果】本発明により、膜硬度、耐熱性に優れた 20 り、各種ディスプレイの視認性向上、レンズの透明性向上に有用なものである。

高屈折率ハードコート膜を生産性に優れた方法で提供することができる。さらに、これを用いた反射防止基材 ※

フロントページの続き

(51) Int. Cl.

識別記号

F I

ターマコード(参考)

G 0 2 B 1/11

C 0 8 L 67:02

1/10

G 0 2 B 1/10

A

// C 0 8 L 67:02

Z

Fターム(参考) 2K009 AA05 AA15 CC03 CC21 CC42

DD02 EE03

4F006 AA35 AB32 AB39 AB54 BA02

BA14 CA05 DA04

4J038 DC011 DL021 DL072 HA216

HA446 HA476 JA07 JA18

JA19 JA22 JA37 JA56 JB13

JB27 KA06 KA18 MA07 MA09

NA11 NA18 NA19 PA19 PB08

40

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**